

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»
УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им.Д.И.Менделеева»

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»




Е.П. Соби́на

" 10 " 2024 г.

**«ГСИ. Анализаторы общего органического углерода ТА.
Методика поверки»**

МП 83-241-2024

Екатеринбург

2024

ПРЕДИСЛОВИЕ

1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»)

2 ИСПОЛНИТЕЛЬ и.о. зав. лабораторией 241 Голынец О.С.

3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ - филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в октябре 2024 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1	Общие положения	4
2	Нормативные ссылки	5
3	Перечень операций поверки	6
4	Требования к условиям проведения поверки	6
5	Требования к специалистам, осуществляющим поверку	6
6	Метрологические и технические требования к средствам поверки	7
7	Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	7
8	Внешний осмотр средства измерений	8
9	Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	8
10	Определение метрологических характеристик средства измерений	8
11	Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям.....	9
12	Оформление результатов поверки	10
	Приложение А	11

Государственная система обеспечения единства измерений. Анализаторы общего органического углерода ТА. Методика поверки	МП 83-241-2024
--	----------------

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на Анализаторы общего органического углерода ТА (далее – анализаторы) производства «Beijing Neuronbc Laboratories Co., Ltd», Китай, и устанавливает методы и средства первичной и периодической поверок. Поверка анализаторов должна осуществляться в соответствии с требованиями настоящей методики поверки.

1.2 При проведении поверки должна обеспечиваться прослеживаемость анализаторов к: ГЭТ 176-2019 «Государственному первичному эталону единиц массовой (молярной, атомной) доли и массовой (молярной) концентрации компонентов в жидких и твердых веществах и материалах на основе кулонометрии» в соответствии с Государственной поверочной схемой, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19.02.2021 года № 148 с внесением изменений в приложение А к государственной поверочной схеме, утвержденных приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 17.05.2021 года № 761.

1.3 Передача единицы осуществляется методом прямых измерений при проведении измерений массовой концентрации общего органического углерода в стандартных образцах утвержденного типа и методом непосредственного сличения.

1.4 Настоящая методика поверки применяется для поверки анализаторов, используемых в качестве рабочих средств измерений. В результате поверки должны быть подтверждены метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1 – Метрологические характеристики

Наименование характеристики	Значение для модификации			
	ТА-1.0	ТА-2.0	ТА-3.0	ТА-1000
Диапазон измерений массовой концентрации общего органического углерода, мкг/дм ³	от 0 до 1000	от 0 до 1000	от 0 до 1500	от 0 до 1000
Пределы допускаемой приведенной (к верхней границе поддиапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода, %, в поддиапазоне от 0 до 100 мкг/дм ³ включ.	±7			

Наименование характеристики	Значение для модификации			
	ТА-1.0	ТА-2.0	ТА-3.0	ТА-1000
Пределы допускаемой относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода, %, в поддиапазоне св. 100 мкг/дм ³	±7			

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

Приказ Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510 «Об утверждении Порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»

Приказ Минтруда России от 15.12.2020г. № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»

Приказ Росстандарта № 148 от 19.02.2021 г. «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах»

Приказ Росстандарта № 761 от 17.05.2021 г. «О внесении изменений в приложение А к Государственной поверочной схеме для средств измерений содержания неорганических компонентов в жидких и твердых веществах и материалах, утвержденной приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 19 февраля 2021 г. № 148»

ГОСТ 12.2.007.0–75 Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности.

ГОСТ Р 58144-2018 Вода дистиллированная. Технические условия

ГОСТ R OIML 76-1 2011 ГСИ. Весы неавтоматического действия. Часть 1. Метрологические и технические требования. Испытания

ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия

ГОСТ 29169-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки с одной отметкой

ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Часть 1. Общие требования

3 Перечень операций поверки

3.1 При поверке должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2 – Операции поверки

Наименование операции	Обязательность проведения операций при		Номер раздела (пункта) методики поверки, в соответствии с которым выполняется операция поверки
	первичной поверке	периодической поверке	
Внешний осмотр	да	да	8
Подготовка к поверке и опробование	да	да	9
Определение метрологических характеристик: - определение приведенной (к верхней границе поддиапазона измерений) и относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода;	да	да	10.1
- проверка диапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода	да	да	10.2
Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	да	да	11

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы к одной из операций поверка прекращается, анализатор бракуется.

3.3 На основании письменного заявления владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки на меньшем числе поддиапазонов измерений (поверка в сокращенном объеме) с указанием в сведениях о поверке информации об объеме проведенной поверки.

4 Требования к условиям проведения поверки

При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха, °C от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

К проведению работ по поверке анализатора допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, инструктаж и обученные работе с анализатором.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют средства поверки, приведенные в таблице 3.

Таблица 3 – Средства поверки

Операции поверки, требующие применения средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	Диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4. Допускаемая абсолютная погрешность измерений температуры ± 2 °С, относительной влажности $\pm 5,0$ %	Гигрометр Rotronic HygroPalm, рег. № 26379-04
	Интервал допускаемых значений массовой доли сахарозы от 95,00 до 100,00 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности $\pm 0,90$ % при $P=0,95$	СО состава сахарозы ГСО 11886-2022
	Весы неавтоматического действия, I (специального) класса точности по ГОСТ OIML R 76-1.	Весы неавтоматического действия MCA225S-2ORU-I, рег. № 79348-20
	Вода дистиллированная по ГОСТ Р 58144	
	Колбы мерные исполнения 2-1000-2, 2-500-2, 2-100-2 по ГОСТ 1770	
	Пипетки 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 по ГОСТ 29227	
	Пипетки 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 по ГОСТ 29169	
Раздел 10 Определение метрологических характеристик средства измерений	Растворы СО массовой концентрацией общего органического углерода от 0,5 до 1500 мкг/дм ³ , границы допускаемых значений относительной погрешности не более $\pm 2,0$ % при $P=0,95$	Растворы СО, приготовленные в соответствии с приложением А

6.2 Средства измерений, применяемые при поверке, должны быть поверены, стандартные образцы должны иметь действующий паспорт.

6.3 Допускается использовать при поверке другие средства измерений утвержденного типа и поверенные, другие стандартные образцы утвержденного типа в пределах срока годности с соответствующими аттестованными характеристиками, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены «Правила по охране труда при эксплуатации электроустановок», утвержденные Приказом Минтруда России №903н от 15 декабря 2020 г., требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре установить:

- соответствие внешнего вида анализатора сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений анализатора;
- соответствие комплектности, указанной в руководстве по эксплуатации (далее – РЭ);
- четкость обозначений и маркировки.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре анализатора выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, то поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Анализатор подготовить к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Подготовить стандартные образцы утвержденных типов (далее – ГСО), предусмотренные в качестве средств поверки, в соответствии с инструкциями по применению. Приготовить контрольные растворы из ГСО в соответствии с приложением А.

9.3 Провести контроль условий поверки с помощью гигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.4 Опробование

Включить анализатор и запустить пробную процедуру измерения массовой концентрации общего органического углерода в дистиллированной воде или рабочем водном растворе. Убедиться, что анализатор функционирует и результаты измерения выводятся на дисплей анализатора.

10 Определение метрологических характеристик средства измерений

10.1 Определение приведенной (к верхней границе поддиапазона измерений) и относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода

10.1.1 Определение приведенной (к верхней границе поддиапазона измерений) и относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода провести с помощью контрольных растворов, приготовленных из ГСО 11886-2022 в соответствии с приложением А.

Для каждого поддиапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода приготовить не менее трех контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода, соответствующими началу, середине и концу поддиапазона.

10.1.2 Провести по одному измерению массовой концентрации общего органического углерода в каждом подготовленном контрольном растворе (от наименьшего до наибольшего значения массовой концентрации общего органического углерода). Длительность каждого измерения не менее 30 минут, по истечении которых следует зафиксировать результат измерений массовой концентрации общего органического углерода. Температура контрольных растворов +25 °С.

Примечание – Рекомендуется строить отдельную градуировочную характеристику для каждого поддиапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода.

10.2 Проверка диапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода

10.2.1 Проверку диапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода провести одновременно с определением приведенной (к верхней границе поддиапазона измерений) и относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода по п.10.1 (проводят измерения массовой концентрации общего органического углерода, соответствующие началу, середине и концу диапазона измерений).

11 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

11.1 Для каждого результата измерений массовой концентрации общего органического углерода в поддиапазоне от 0 до 100 мкг/дм³ включ., полученных по 10.1, вычислить приведенную (к верхнему значению поддиапазона измерений) погрешность (γ_{ij} , %) измерений массовой концентрации общего органического углерода по формуле

$$\gamma_{ij} = \frac{X_{ij} - X_{j\text{эт}}}{X_{\text{max}}} \cdot 100, \quad (1)$$

где X_{ij} – i -ое измеренное значение массовой концентрации общего органического углерода в j -ом контрольном растворе, мкг/дм³;

$X_{j\text{эт}}$ – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в j -ом контрольном растворе мкг/дм³;

X_{max} – верхнее значение поддиапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода, мкг/дм³.

Полученные значения приведенной (к верхней границе поддиапазона измерений) погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

11.2 Для каждого результата измерений массовой концентрации общего органического углерода в поддиапазоне св. 100 мкг/дм³, полученных по 10.1, вычислить относительную погрешность (δ_{ij} , %) измерений массовой концентрации общего органического углерода по формуле

$$\delta_{ij} = \frac{X_{ij} - X_{j\text{эп}}}{X_{j\text{эп}}} \cdot 100, \quad (2)$$

где X_{ij} – i -ое измеренное значение массовой концентрации общего органического углерода в j -ом контрольном растворе, мкг/дм³;

$X_{j\text{эп}}$ – расчетное значение массовой концентрации общего органического углерода в j -ом контрольном растворе, мкг/дм³.

Полученные значения относительной погрешности измерений массовой концентрации общего органического углерода не должны превышать пределов, приведенных в таблице 1.

11.3 Полученные значения диапазона измерений массовой концентрации общего органического углерода должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12 Оформление результатов поверки

12.1 Оформляют протокол проведения поверки в произвольной форме.

12.2 При положительных результатах поверки анализатор признают пригодным к применению.

12.3 Нанесение знака поверки и пломбирование анализатора не предусмотрено.

12.4 При отрицательных результатах поверки анализатор признают непригодным к дальнейшей эксплуатации.

12.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с Приказом Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906. В сведениях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

12.6 По заявлению владельца анализатора или лица, представившего анализатор на поверку, при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке в соответствии с Приказом Минпромторга России от 31.07.2020 г. № 2510, при отрицательных – извещение о непригодности к применению анализатора.

И.о.зав. лаб. 241 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева»



О.С. Голынец

Приложение А

(обязательное)

Процедура приготовления контрольных растворов на основе разбавления СО

А.1 Для приготовления исходного и контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода используют:

- весы I (специального) класса точности ГОСТ OIML R 76-1;
- стандартный образец, приведенный в таблице 3 настоящей методики поверки: ГСО 11886-2022;
- вода дистиллированная ГОСТ Р 58144;
- колбы мерные 2-1000-2, 2-500-2, 2-100-2 ГОСТ 1770;
- пипетки 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 ГОСТ 29227;
- пипетки 1-2-25, 1-2-10, 1-2-5, 1-2-2 ГОСТ 29169.

А.2 Условия приготовления растворов

- температура окружающего воздуха, °С от +15 до +25;
- относительная влажность воздуха, %, не более 80

А.3 Приготовление исходного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 85000 мкг/дм³.

А.3.1 Для приготовления исходного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 85000 мкг/дм³ необходимо взять навеску 0,2 г стандартного образца и перенести ее в чистую сухую мерную колбу с притертой пробкой вместимостью 1000 см³. Добавить примерно 100 см³ воды дистиллированной и тщательно растворить навеску стандартного образца. Затем колбу заполнить до метки водой дистиллированной, закрыть пробкой и тщательно перемешать.

А.3.2 Точное значение массовой концентрации общего органического углерода ($C_{исх}$, мкг/дм³) в исходном растворе рассчитать по формуле:

$$C_{исх} = \frac{m_{ГСО} \cdot M(C) \cdot A_{ГСО} \cdot 10^7}{M(C_{12}H_{22}O_{11}) \cdot V_{колбы}}, \quad (A.1)$$

где $m_{ГСО}$ – масса навески стандартного образца, г;

$M(C)$ – молярная масса углерода, г/моль;

$M(C_{12}H_{22}O_{11})$ – молярная масса сахарозы, г/моль;

$A_{ГСО}$ – аттестованное значение массовой доли сахарозы в стандартном образце (приведено в паспорте), %;

$V_{колбы}$ – заданный объем мерной колбы, необходимый для приготовления исходного раствора, см³.

А.3.3 Абсолютную ($\Delta C_{исх}$, мкг/дм³) и относительную ($\delta C_{исх}$, %) погрешности приготовления исходного раствора массовой концентрации общего органического углерода (при P=0,95) рассчитать по формулам

$$\Delta C_{исх} = C_{исх} \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A_{ГСО}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta m}{m_{ГСО}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V_{колбы}}\right)^2} \quad (A.2)$$

$$\delta C_{исх} = \frac{\Delta C_{исх}}{C_{исх}} \cdot 100 \quad (A.3)$$

где ΔA – абсолютная погрешность аттестованного значения массовой доли сахарозы в стандартном образце (приведена в паспорте), %;

Δm – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемых весов, г;

ΔV – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной колбы, см³.

А.4 Приготовление контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода.

А.4.1 Для приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода в поддиапазоне св. 100 мкг/дм³ необходимо смешать определенный объем исходного раствора с водой дистиллированной. Рекомендуется готовить контрольные растворы с расчетными значениями массовой концентрации общего органического углерода 175 мкг/дм³, 700 мкг/дм³ и 1000 мкг/дм³ (или 1400 мкг/дм³ для анализатора модификации ТА-3.0).

А.4.2 Для приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода в поддиапазоне от 0 до 100 мкг/дм³ включ. необходимо определенный объем имеющегося контрольного раствора (в поддиапазоне св. 100 мкг/дм³) с наименьшей концентрацией общего органического углерода смешать с водой дистиллированной. Рекомендуется готовить контрольные растворы с расчетными значениями массовой концентрации общего органического углерода 17 мкг/дм³, 50 мкг/дм³ и 95 мкг/дм³.

А.4.3 Объем ($V_{аликвоты}$, см³) исходного раствора или имеющегося контрольного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 175 мкг/дм³, необходимый для приготовления контрольных растворов рассчитать по формуле.

$$V_{аликвоты} = \frac{C_i \cdot V_{колбы}}{C_0} \quad (A.4)$$

где C_i – значение массовой концентрации общего органического углерода, которое необходимо приготовить, мкг/дм³;

$V_{колбы}$ – заданный объем мерной колбы, необходимый для приготовления раствора, см³;

C_0 – значение массовой концентрации общего органического углерода в исходном растворе ($C_{исх}$) или в уже приготовленном контрольном растворе, мкг/дм³.

А.4.4 Абсолютную (ΔC_i , мкг/дм³) и относительную (δC_i , %) погрешности приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода (при P=0,95) рассчитать по формулам

$$\Delta C_i = C_i \cdot \sqrt{\left(\frac{\Delta C_0}{C_0}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{аликвоты}}}{V_{\text{аликвоты}}}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V_{\text{колбы}}}{V_{\text{колбы}}}\right)^2} \quad (\text{A.5})$$

$$\delta C_i = \frac{\Delta C_i}{C_i} \cdot 100 \quad (\text{A.6})$$

где ΔC_0 – абсолютная погрешность приготовления исходного раствора ($\Delta C_{\text{исх}}$) или имеющегося контрольного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 175 мкг/дм³, мкг/дм³;

$\Delta V_{\text{аликвоты}}$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной посуды, см³;

$\Delta V_{\text{колбы}}$ – пределы допускаемой абсолютной погрешности используемой мерной колбы, см³.

A.5 Исходный раствор может храниться в колбе с притертой пробкой 1 месяц при температуре (20±5) °С, избегая воздействия солнечных лучей. Контрольные растворы рекомендуется использовать в день приготовления.

A.6 Примеры приготовления исходного и контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода приведены в таблицах A.1-A.2

Таблица A.1 – Пример приготовления исходного раствора с массовой концентрацией общего органического углерода 85000 мкг/дм³

Масса навески, г	Молярная масса углерода в моли сахарозы, г/моль	Молярная масса сахарозы, г/моль	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация углерода, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность приготовления раствора, мкг/дм ³	Относительная погрешность приготовления раствора, %
0,2	144,32	342,297	1000	84155,64	869,5	1,0

Таблица A.2 – Пример приготовления контрольных растворов с известными значениями массовой концентрации общего органического углерода

Номер раствора	Раствор, используемый для приготовления	Объем аликвоты, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Массовая концентрация углерода, мкг/дм ³	Абсолютная погрешность приготовления раствора, мкг/дм ³	Относительная погрешность приготовления раствора, %
1	исходный	8	500	1346	27,2	2,0
2	исходный	6	500	1010	17,7	1,8
3	исходный	5	500	842	12,1	1,4
4	исходный	1	500	168	2,4	1,4
5	4	140	250	94	1,4	1,5
6	4	75	250	50	0,75	1,5
7	4	25	250	17	0,25	1,5